

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号
特表2002-543993
(P2002-543993A)

(43) 公表日 平成14年12月24日 (2002. 12. 24)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-7J-ト* (参考)
B 2 3 B 27/14		B 2 3 B 27/14	A 3 C 0 4 6
			B 4 K 0 2 9
C 2 3 C 14/08		C 2 3 C 14/08	A

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2000-617222(P2000-617222)
(86) (22) 出願日 平成12年5月4日(2000. 5. 4)
(85) 翻訳文提出日 平成13年11月6日(2001. 11. 6)
(86) 国際出願番号 PCT/SE00/00885
(87) 国際公開番号 WO00/68454
(87) 国際公開日 平成12年11月16日(2000. 11. 16)
(31) 優先権主張番号 9901648-7
(32) 優先日 平成11年5月6日(1999. 5. 6)
(33) 優先権主張国 スウェーデン (SE)
(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), CA, JP, KR, ZA

(71) 出願人 サンドビック アクティエボラーク
SANDVIK ACTIEBOLAG
スウェーデン国, エス-811 81 サンド
ビック (番地なし)
(72) 発明者 セデルベルイ, スタッファン
スウェーデン国, エス-141 44 フッデ
ィング, モースベージェン 112
(72) 発明者 リッテケ, ベーター
スウェーデン国, エス-141 72 フッデ
ィング, ショースティゲン 31
(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 PVD-でコーティングされた切削工具

(57) 【要約】

本発明は、金属加工のためのコーティングされたCBN切削工具に関する。この工具は、焼結炭化物支持体を伴う又は伴わない1又は複数のCBN体からなる。コーティングは、1又は複数の耐熱性化合物の層で構成されている。この層のうちの少なくとも1つの層は、粒度が0.1μm未満の微粒結晶質γ相アルミナAl₂O₃からなっている。Al₂O₃層は、450℃～700℃の基材温度において、2極パルスDMS(2マグネトロンスパッタリング)技術によって堆積させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材とコーティングを有する切削工具であって、前記基材が少なくとも35体積%の立方晶窒化ホウ素を含む物体を有し、前記コーティングが少なくとも1つの Al_2O_3 の層を有し、ここで前記 Al_2O_3 層が本質的に、粒度が $0.1\mu m$ 未満でハロゲン不純物を伴わない $\gamma-Al_2O_3$ からなっていることを特徴とする、基材とコーティングを有する切削工具。

【請求項2】 前記 Al_2O_3 層が、 (440) 及び (400) 結晶面の少なくとも一方からの有意のx線回折反射を示し、前記 Al_2O_3 層が、少なくとも $20GPa$ の硬さ及び少なくとも $1GPa$ の圧縮応力を有することを特徴とする、請求項1に記載の切削工具。

【請求項3】 前記 Al_2O_3 層が、下記の式で定義される組織化係数について 1.5 以上の、 $[440]$ 方向に優先的な成長方向を有することを特徴とする、請求項1に記載の切削工具：

【数1】

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left\{ \frac{1}{n} \sum \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right\}^{-1}$$

ここで、 $I(hkl)$ は (hkl) 反射の測定された強度、 $I_0(hkl)$ はASTM標準粉末パターン回折データの標準強度、 n は計算で使用した反射の数であり、使用される (hkl) 反射は (111) 、 (311) 、 (222) 、 (400) 及び (440) 。

【請求項4】 前記微粒結晶質 $\gamma-Al_2O_3$ 層が、 Al_2O_3 多形体の γ 系の追加のアルミナ相部分(XRD技術によって検知可能)、好ましくは θ 相部分を含むことを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の切削工具。

【請求項5】 Ti 、 Nb 、 Hf 、 V 、 Ta 、 Mo 、 Zr 、 Cr 、 W 及び Al から選択される金属元素の金属窒化物、炭窒化物及び／又は炭化物、好ましくは TiC 、 $TiCN$ 、 TiN 又は $TiAlN$ を含む、 $0.1\sim 10\mu m$ 、好まし

くは0.5～5 μ mの厚さの少なくとも1つの層を有することを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の切削工具。

【請求項6】 外側層が Al_2O_3 であることを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の切削工具。

【請求項7】 外側層がTiNであることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の切削工具。

【請求項8】 PCBN材料が80体積%超のCBNを含有していることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の切削工具。

【請求項9】 前記PCBN材料が35～90体積%のCBNを含有し、残部が、周期表のIVa～VIa族の金属の炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物又はホウ素化物を包含する他の硬質耐摩耗性成分、好ましくはTiC、TiN又はTi(C, N)であることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の切削工具。

【請求項10】 前記工具が全てCBN含有材料からなっていることを特徴とする、請求項1～9のいずれかに記載の切削工具。

【請求項11】 前記工具が、ろう付け、焼結又は任意の他の様式で基材、好ましくは焼結炭化物に結合されたCBN含有材料からなっていることを特徴とする、請求項1～9のいずれかに記載の切削工具。

【請求項12】 前記焼結炭化物が、Co含有率が10～20wt%、好ましくは15～17wt%のWC-Coであることを特徴とする、請求項11に記載の切削工具。

【請求項13】 請求項1において示される微粒結晶質 $\gamma-Al_2O_3$ からなる少なくとも1つの耐熱性層をマグネトロンスパッタリングによって、真空中で移動している基材に堆積させる、コーティングされた切削工具の製造方法であって、前記 Al_2O_3 層を、1～5 μ barの圧力のアルゴン及び酸素の気体混合物中での反応性パルスマグネトロンスパッタリングによって堆積させること、前記パルスの周波数を10～100kHz、好ましくは50kHzに設定すること、固定して配置された基材に関して少なくとも1nm/秒の速度で、堆積を行わせること、時間平均のマグネロンターゲット出力密度を少なくとも10W/

cm^2 に設定すること、及び基材温度を、コーティングされる工具体の材料に依存して、 $450\sim 700^\circ\text{C}$ 、好ましくは $550\sim 650^\circ\text{C}$ に設定することを特徴とする、コーティングされた切削工具の製造方法。

【請求項14】 前記 Al_2O_3 層を、マグネトロンスパッタリング装置のカソード及びアノードとして交互に切り替えられるA1ターゲットを有する2マグネトロンスパッタリングによって堆積させることを特徴とする、請求項13に記載の方法。

【請求項15】 追加の非 Al_2O_3 層も物理気相堆積、特にパルスマグネトロンスパッタリングによって堆積させることを特徴とする、請求項13及び14のいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、焼結炭化物支持体を伴う又は伴わないCBN（多結晶質立方晶窒化ホウ素）を含有する少なくとも1つの物体と、この物体の表面の硬質で耐摩耗性の耐熱性コーティングとを有する、金属加工のための切削工具に関する。このコーティングは、前記物体に付着して結合しており、この物体の機能的な部分の全てを覆っている。このコーティングは、耐熱性化合物の1又は複数の層で構成されており、この層のうちの少なくとも1つは、物理気相堆積（PVD）によって堆積させた微晶質 γ - Al_2O_3 からなっている。

【0002】

立方晶窒化ホウ素（CBN）に基づく材料のような超硬砥粒でできた切刃を有する切削工具は、粉末冶金技術によって製造され、鋳鉄及び硬化鋼の加工のために主に使用されている。複数のタイプのCBN切削工具が既知であり、大部分は焼結炭化物インサートにろう付けされたCBNのチップからなっている。他のものは、十分な厚さの焼結炭化物支持体に直接に焼結させたCBNでインサートを作っており、更に他のものは、焼結炭化物支持体を全く伴わないCBN含有体からなっている。

【0003】

焼結CBN体を1, 000℃超の温度に露出させると、材料の望ましくない構造的な変化が起こる。更に、ろう付けされたインサートでは、ろうによる接合部が破損する。

【0004】

スウェーデン国特許出願第9704066-1号明細書は、金属加工のためのコーティングされた切削工具を開示している。このコーティングは、耐熱性化合物の1又は複数の層で構成されており、これらの層のうちの少なくとも1つの層は、粒度が0.1 μm 未満の微粒結晶質 γ 相 Al_2O_3 からなっている。 Al_2O_3 （アルミナ）層は、450℃～700℃の基材温度で、二極パルスDMS（2マグネトロンスパッタリング）技術によって堆積させている。

【0005】

PCT国際公開W098/28464号明細書では例において、硬化ボールベアリング鋼を加工する場合、MTCVD-TiCN及びCVD-Al₂O₃の層を含むコーティングを、そのようなCBN工具材料に適用することによって、工具寿命の実質的な利点を提供できることを示している。

【0006】

米国特許第5,503,913号明細書では、立方晶窒化ホウ素又は多結晶質立方晶窒化ホウ素の切刃を有する工具の摩耗性を改良するために、金属Zr、Y、Mg、Ti又はAlのうちの1又は複数の0.5～6μmの厚さのコーティングで、超硬体をコーティングすることを提案している。コーティングは、好ましくはパルスプラズマCVDを使用して、800℃までの温度で気相から堆積させている。

【0007】

本発明では、硬質で耐摩耗性の耐熱性コーティングを有し立方晶窒化ホウ素CBN含有率が少なくとも35体積%の少なくとも1つの物体を含む切削工具を提供する。この硬質で耐摩耗性のコーティングは、耐熱性化合物の1又は複数の層で構成されており、この層のうちの少なくとも1つの層、好ましくは最も外側の層は、450～700℃、好ましくは550～650℃の基材温度でDMS-PVD法によって堆積させたγ-Al₂O₃から本質的になっている。工具体とAl₂O₃層との間に比較的内側の層が存在する場合、この層はTi、Nb、Hf、V、Ta、Mo、Zr、Cr、W及びAlから選択される金属元素の金属窒化物、炭窒化物及び／又は炭化物で構成されている。γ-Al₂O₃層は、粒度が0.1μm未満の高品質で密な微粒結晶質Al₂O₃からなっている。更に、γ-Al₂O₃層には実質的に亀裂及びハロゲン不純物がなく、硬さが少なくとも20GPaで圧縮応力が少なくとも1GPaである。

【0008】

第1の態様では、本発明のPCBN材料は70体積%超のCBNを含有している。この材料は、鋳鉄の加工のために特に有益である。

【0009】

第2の態様では、PCBN材料は、70体積%未満のCBNを含有していて、残部は、他の硬質耐摩耗性成分、例えば周期表のIVa～VIa族の金属の炭化

物、窒化物、炭窒化物、酸化物、ホウ素化物、典型的にTiC、TiN又はTi(C, N)である。そのような材料の例は、米国特許第5,639,285号明細書で開示されている。この種のPCBN材料は、主に硬化鋼の加工のための切削工具で使用されている。

【0010】

PCBN材料は、比較的少量（典型的にそれぞれ10wt%未満）の他の成分、例えばCo、Ni、WC、Al、AlN及びAl₂O₃を含有することもあり得る。

【0011】

PCBN切削工具の第3の態様は、焼結炭化物の支持体又は裏材料なしで製造される。通常そのような生成品は、80体積%超のCBNを含む。

【0012】

第4の態様では、PCBN切削工具は、ろう付け、焼結又は任意の他の様式によって基材、好ましくは焼結炭化物に付着させたCBN含有材料からなっている。この焼結炭化物は、Coが10～20wt%、好ましくは15～17wt%であるWC-Coである。

【0013】

本発明の γ -Al₂O₃層は、工具の切刃に非常に滑らかな表面仕上げを与え、これは、加工される加工品の改良された表面仕上げも提供する。非常に滑らかな表面仕上げは、コーティングの非常に微細な結晶性に帰することができる。この「 γ -Al₂O₃」層は、「 γ 系」の他の層、例えば θ 、 δ 及び η 相を部分的に含んでいてもよい。本発明のAl₂O₃層の γ 及び/又は θ 相の同定は好ましくは、x線回折によって行うことができる。Cu(K α)照射を使用したときに45.80及び66.80の2 θ 角でもたらされる γ -Al₂O₃層の(400)及び(440)面からの反射は、明らかに γ 相を同定している。 γ 相の(222)、(200)及び(311)面からの比較的弱い反射は時折同定することができる。本発明のAl₂O₃層に θ 相が存在する場合、この相は(200, 20-2)面からの反射によって同定される。

【0014】

本発明の微粒結晶質 γ - Al_2O_3 は、 $[440]$ 方向で強く組織化されている。組織係数 TC は以下のようにして定義できる：

【数2】

$$TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left\{ \frac{1}{n} \sum \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right\}^{-1}$$

ここで、 $I(hkl)$ は (hkl) 反射の測定された強度、 $I_0(hkl)$ は ASTM 標準粉末パターン回折データの標準強度、 n は計算で使用した反射の数である。

【0015】

使用した (hkl) 反射は、 (111) 、 (311) 、 (222) 、 (400) 及び (440) であり、 $TC(hkl)$ が 1 よりも大きい場合は常に、 $[hkl]$ 方向に組織化されている。 $TC(hkl)$ の値が比較的大きいことは、比較的组织化されていることを示す。本発明では、一連の (440) 結晶面の TC は 1.5 以上である。

【0016】

γ - Al_2O_3 でコーティングされた本発明の切削工具の刃は、例えば米国特許第 5,861,210 号明細書で開示されている SiC に基づくブラシでの刃のブラシがけによって、又は穏やかな湿潤ブラスト処理によって、切削性能の更なる改良が予想される。

【0017】

本発明のコーティングの全厚は、0.5～20 μm 、好ましくは 1～15 μm であり、非 Al_2O_3 層の厚さは 0.1～10 μm 、好ましくは 0.5～5 μm である。微粒結晶質 γ - Al_2O_3 コーティングは、CBN 切削工具に直接に堆積させることができ、この γ - Al_2O_3 の厚さは 0.5～15 μm 、好ましくは 1～10 μm である。同様に、Ti、Nb、Hf、V、Ta、Mo、Zr、Cr、W 及び Al から選択される金属元素を含む金属窒化物、炭窒化物及び／又は

炭化物の更なるコーティング、好ましくはTiNのコーティングを、 Al_2O_3 層上に堆積させることができる。

【0018】

本発明の微粒結晶質 $\gamma-Al_2O_3$ 層は、真空中で移動している基材に2極2マグネトロンスパッタリング技術によって堆積させることができる。基材は浮かせておくこと又はパルスバイアスしておくことができ、正確な条件は、使用する装置の設計にある程度依存している。

【0019】

Al_2O_3 層は、 $1\sim 5\mu bar$ の圧力のアルゴン及び空気の混合ガス中における反応性パルスマグネトロンスパッタリングによって堆積させる。パルス周波数は $10\sim 100kHz$ 、好ましくは $50kHz$ である。固定して配置された基材では、少なくとも $1nm/秒$ の速度で堆積を行う。時間平均のマグネトロントarget出力密度は少なくとも $10W/cm^2$ であり、基材温度は $450\sim 700^\circ C$ 、好ましくは $550\sim 650^\circ C$ である。

【0020】

好ましくは Al_2O_3 層は、マグネトロンスパッタリング装置のカソード及びアノードとして交互に切り替えられるAlターゲットを有する2マグネトロンスパッタリングによって堆積させる。

【0021】

必要とされる粒度及び相組成を得ること、並びに所望であれば本明細書で示された堆積条件を変更して本発明の範囲内で Al_2O_3 層のナノ構造に影響を与えることは、当業者の行う範囲内の行為である。

【0022】

本発明で示されている層、例えばTi、Nb、Hf、V、Ta、Mo、Zr、Cr、W及びAlから選択される金属元素を含む金属窒化物、炭化物及び／又は炭窒化物は、PVD技術、CVD技術及び／又はMTCVD技術（中間温度(Medium Temperature)化学気相堆積）、特にパルスマグネトロンスパッタリングによって堆積させることができる。

【国際調査報告】

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 00/00885

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC7: C23C 14/08, C23C 14/35, C23C 28/04, C23C 30/00, C04B 41/89, B23B 27/14 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC7: C23C, C04B, B23B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
SE,DK,FI,NO classes as above		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
NPIL, EDOC, JAPID, INSPEC, EI COMPENDEX, METADEX, PASCAL, ENERGY SCITEC, CA		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	Surface and Coatings Technology, Volume 82, 1996, O. Zywitzki et al, "Effect of the substrate temperature on the structure and properties of Al2O3 layers reactively deposited by pulsed magnetron sputtering", page 169 - page 175, see especially page 169 - 171 and page 173 --	1-15
X	US 5879823 A (JOHN J. PRIZZI ET AL), 9 March 1999 (09.03.99), column 4, line 34 - line 61; column 7, line 6 - line 46, claims 5,8,19,20 --	1-12
A	US 5516588 A (HENDRIKUS VAN DEN BERG ET AL), 14 May 1996 (14.05.96), column 6, line 45 - line 67; column 8, line 25 - line 40 --	5-7
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
4 July 2000		27-07-2000
Name and mailing address of the ISA/ Swedish Patent Office Box 5055, S-102 42 STOCKHOLM Facsimile No. + 46 8 666 02 86		Authorized officer Ingrid Grundfelt/MP Telephone No. + 46 8 782 25 00

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 00/00885

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5674564 A (BJORN LJUNGBERG ET AL), 7 October 1997 (07.10.97), column 4, line 36 - line 51, claim 5 --	5-7
A	EP 0744473 A1 (FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG E.V.), 27 November 1996 (27.11.96), claim 9 --	15
A	WO 9828464 A1 (SANDVIK AB (PUBL)), 2 July 1998 (02.07.98), page 1, line 1 - page 7, line 4 --	8,9,11,12
A	US 5503913 A (UDO KÖNIG ET AL), 2 April 1996 (02.04.96), column 1, line 16 - line 38; column 3, line 29 - line 42; column 4, line 38 - line 42 -- -----	10,11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
 Information on patent family members

02/12/99

International application No.

PCT/SE 00/00885

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5879823 A	09/03/99	DE 19651592 A	19/06/97
		GB 2308134 A,B	18/06/97
		GB 9622292 D	00/00/00
		JP 2742049 B	22/04/98
		JP 9192906 A	29/07/97
US 5516588 A	14/05/96	AT 119583 T	15/03/95
		DE 4110005 A	01/10/92
		DE 59201616 D	00/00/00
		EP 0577678 A,B	12/01/94
		SE 0577678 T3	
		JP 6506178 T	14/07/94
		WO 9217623 A	15/10/92
		DE 4110006 A	01/10/92
		DE 9200249 U	16/04/92
US 5674564 A	07/10/97	AT 142712 T	15/09/96
		CA 2072160 A	26/12/92
		DE 69213593 D,T	23/01/97
		EP 0523021 A,B	13/01/93
		SE 0523021 T3	
		IL 102299 A	16/10/96
		JP 5230620 A	07/09/93
		RU 2062260 C	20/06/96
		SE 9101953 D	00/00/00
EP 0744473 A1	27/11/96	SE 0744473 T3	
		AT 164398 T	15/04/98
		DE 19518781 C	05/09/96
		DE 59600122 D	00/00/00
		DK 744473 T	27/04/98
		US 5693417 A	02/12/97
WO 9828464 A1	02/07/98	EP 0950126 A	20/10/99
		SE 511211 C	23/08/99
		SE 9604778 A	21/08/98
US 5503913 A	02/04/96	AT 128108 T	15/10/95
		DE 4126851 A	18/02/93
		DE 59203779 D	00/00/00
		EP 0598762 A,B	01/06/94
		JP 6509789 T	02/11/94
		WO 9304015 A	04/03/93
		DE 9200608 U	19/05/93

フロントページの続き

F ターム(参考) 3C046 FF02 FF10 FF16 FF20 FF25
FF27 FF35 FF39 FF52
4K029 AA04 BA44 BA54 BA55 BA58
BA60 BB02 BB08 BD05 CA06
DC39 EA08 EA09